

Si 粒子の酸化挙動と酸化抑制方法

Oxidation of Si particles and its suppression method

○新井田 誠、異 宏平 (早稲田大学大学院情報生産システム研究科)

○Makoto Niida, Kohei Tatsumi (Graduate School of Information, Production and Systems, Waseda University)

E-mail: makoto_niida@akane.waseda.jp, Tatsumi.kohei@waseda.jp

Si の高純度化の過程やインゴットからウェーハを製造する工程における切断や研磨、又は半導体プロセスの後工程でのダイシング、バックグラインドなどにより、冷却水とともに大量の Si 粉スラッジが発生し、有効利用されず廃棄されている。廃棄される大きな問題の一つとして、水中で Si 粒子の酸化が進行し、多くの Si が酸化 Si となって回収、再利用が困難になるという問題がある。そこで我々は、Si 粉が酸化する原因として、表面に形成される不動態被膜(又は安定酸化膜)に着目して、酸化進行の挙動とその抑制方法について検討した。

ウェーハ製造過程の切断・研磨時に生成される、Si 破片や微粒(粉体)化された Si の試料を作製した。試料作製には、粉砕機を用い水中又は水溶液中で微粒化させ、その試料の酸化メカニズムについての評価を行った。Si 粒子は、水中又は水溶液中で Si インゴットを微粒化し、大気に触れることなく、試料を採取した。粉砕条件により、BET 値の異なる試料を作製し、粒径の違いによる酸化挙動についても検討を行った。作製した Si 粉を、200ml をビーカーに移して各条件で保持した。(a)ビーカーを 24 時間静置(空気バブリングなし)、(b)ビーカー中溶液内にホースを設置して 1 時間空気バブリングを実施後、24 時間静置。バブリングの気体導入量は、200ml スラッジ溶液に対して 50ml/min とした。いずれもビーカー底部に導入ホース先端を配置した。

上記試料の SEM-EDX による元素分析を行ない、酸化量については、O/Si 原子%比で評価した(加速電圧 5kV)。図 1 は、BET 値の異なる試料の処理、(a)空気バブリングなし、(b)空気バブリングあり についての、酸化量の違いを示す、試料(b)では試料(a)に比べ明らかに多くの酸素が検出された。水中でスラッジ粉が生成される場合、時間の経過と共に水素発生を伴い酸化が進行する。スラッジ溶液中に空気バブリングを行なうことにより、新生面に安定酸化膜が形成されることで深部までの酸化を抑制し酸素量を顕著に軽減されることがわかった。以上より、空気との反応により最表面に酸化膜が生成され、安定酸化膜として深部への酸化を抑制する。しかし、水中又は水溶液中では安定酸化膜が形成されず、水との反応を繰り返し深部まで酸化が進行することを確認できた。従って、表面に安定酸化膜を形成させることで、Si を高効率に回収することができる効果を見出した。

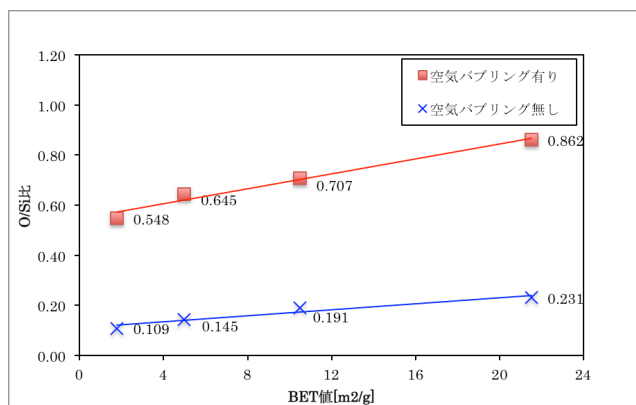


Fig.1 O/Si,BET

[参考文献] 異宏平, スラッジ回収方法及び粉粒体, WO2014034924 A1, 2013-09-02